6%Si 高硅奥氏体不锈钢固溶处理过程中 bcc 相的演变机制研究

陈思含[1] 梁 田[2] 张 龙[2] 马颖澈[2] 刘政军[1] 刘 奎[2]

1 沈阳工业大学材料科学与工程学院 沈阳 110870

2 中国科学院金属研究所中国科学院核用材料与安全评价重点实验室 沈阳 110016

摘 要 利用 OM、SEM、XRD 和 TEM 等方法对 6%Si 铸态高硅奥氏体不锈钢在不同固溶处理温度下的 bcc 相的演变规律进行了研究，分析了不同固溶处理温度下组织中 bcc 相的回溶与重新析出过程中元素变化、形貌和结构特征，并制定合理的热处理制度。结果表明，6%Si 高硅不锈钢铸态组织中的析出相主要为 bcc 相，该相沿晶界和枝晶间分布，并富含 Mo、Si、Ni 等元素，晶格常数 a=0.8747 nm。样品在 1050~1200 ℃、2 h 固溶处理时，bcc 析出相中的 Mo、Cr 元素含量随温度的升高而增加；当温度达到 1200 ℃时 bcc 相发生回溶，在 1250 ℃、2 h 固溶处理时 bcc 相重析出。

关键词 6% Si 铸态高硅奥氏体不锈钢，bcc 相，回溶，重析出

中图分类号 TG142.11 **文章编号** 0412-1961(2017)00-0000-00

Study on Evolution Mechanism of bcc Phase During Solution Treatment in 6%Si High Silicon Austenitic Stainless Steel

CHEN Sihan [1], LIANG Tian [2], ZHANG Long [2], MA Yingche [2], LIU Zhengjun [1], LIU Kui [2]

1 Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, China

2 CAS Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science , Shenyang 110016, China

Correspondent: LIANG Tian, Tel: (024)23971986, E-mail: tliang@imr.ac.cn

Manuscript received 2016-07-08, in revised form 2016-12-09

ABSTRACT After decades of development, high silicon austenitic stainless steels are widely concerned about due to their excellent corrosion resistance and good mechanical properties. Till now, 4%Si high silicon stainless steel have been widely used, but it is not doing well under the condition of high temperature and strong oxidizing medium. 6%Si high silicon austenitic stainless steels can resist in the strong oxidizing medium when the temperature is up to 100 ℃. But the

收稿日期 2016-07-08 **定稿日期** 2016-12-09

作者简介 陈思含，女，1990 年生，硕士

通讯作者 梁 田，tliang@imr.ac.cn，主要从事核电、化工用不锈钢的研究

DOI 10.11900/0412.1961.2016.00294

increase of Si may lead to the increasing of precipitation such as bcc phase, which may cause hot cracks during heat processing. As a result, obtain a temperature range which is without precipitation is of essential. The bcc phase evolution mechanism of 6%Si as-cast high silicon austenitic stainless steel under different solid solution treatment temperature was investigated by means of OM, SEM, XRD and TEM in this work. In order to study the precipitation and re-dissolution of bcc phase, the distribution of alloy elements, morphology and crystal structure of the bcc phase were analyzed under different solution treatments. Moreover, the heat-treated schedules were made based on the experimental results. The results indicated that the solid solution treatment temperatures had a great influence on the microstructure of 6%Si high silicon austenitic stainless steel. The precipitates existed in the as-cast structure were mainly bcc phase with a lattice constant of 0.8747 nm, rich in Mo, Si and Ni elements, and distributed in grain interior and grain boundary. The bcc phase redissolved during the solution when the temperature was between 1050~1200 ℃ for 2 h. The contents of Mo, Si and Ni increased with the rising solution temperature. Furthermore, the bcc phase re-precipitated when the test specimen was heat treated at 1250 ℃ for 2h. The re-precipitated phase has the same composition with that in the as-cast structure. Thus the optimal solid solution treatment temperature of 6%Si high silicon austenitic stainless is 1100~1200 ℃ for 2 h.

KEY WORDS 6%Si as-cast high silicon austenitic stainless steel, bcc phase, re-dissolution, re-precipitation

高硅不锈钢由于其优异的耐高温浓硫酸、硝酸腐蚀性能，较低的合金成本和良好的力学性能，在化工生产设备中备受关注[1~3]。高硅不锈钢通常含有 4%~7% (质量分数，下同)的Si，如 Saramet 不锈钢和 Sandvik SX 不锈钢[4,5]，其中 Si 的质量分数均达到了 5%~6%，其在浓度大于 98%、温度为 130 ℃的浓硫酸中的腐蚀速率仅为 0.1 mm/a 左右[6~8]。高硅不锈钢之所以在高温强氧化介质中具有优良的耐蚀性能，与其具有较高的 Si 含量密切相关。Si 的加入促进了不锈钢的钝化，使其表面形成外层以 SiO_2、内层以 Cr_2O_3 为主的钝化膜，钝化膜通过抑制阴极反应阻碍了均匀腐蚀和晶间腐蚀，且 Si 的含量越高，耐蚀性越好[9~11]。但另一方面，Si 含量的增加使得高硅不锈钢的析出相增多，如 bcc 相、Cr_3Si 和 σ 相等。其中 bcc 相在凝固过程中析出，在热处理不当时，bcc 相的存在会削弱晶界强度，在热加工过程中易产生热裂纹等缺陷导致产品报废，生产难度加大。

目前，国内关于高硅不锈钢的研究大多集中在 Si 含量为 4%左右的高硅不锈钢，且多数为铸钢，如 C_2 钢(00Cr17Ni15Si4Nb)、C_4 钢(00Cr14Ni14Si4)等[12~15]，仅有少量的变形高硅不锈钢，如 KY704 钢，但 KY704 高硅奥氏体不锈钢主要适用于温度小于 50 ℃的硝酸中，对于高温环境下的强氧化介质并不适用[16,17]。质量分数为 6%Si 的高硅不锈钢在 100 ℃以上的强氧化介质中的耐腐蚀性能优越，但目前国内对其组织性能及制备工艺的研究很少，尤其是针对 6%Si 高硅不锈钢的高温微观组织稳定性的研究非常欠缺[18,19]，而关于 bcc 相析出行为的研究更鲜有报道。因此，掌握 bcc 相演变规律，获得无 bcc 析出相的温度区间，从而使高硅不锈钢获得良好的热加工性能对工程化应用至关重要。

本工作围绕 6%Si 高硅奥氏体不锈钢在不同固溶处理温度下组织演变规律展开研究，通过调节固溶处理温度来研究组织中 bcc 相的回溶与重新析出过程中的元素变化、形貌和结构特征。以期为 6%Si 高硅不锈钢的工程应用及更高 Si 含量的不锈钢的开发提供理论参考。

1 实验方法

本实验采用真空感应冶炼方式进行 6%Si 高硅不锈钢合金钢锭的冶炼，冶炼的铸锭质量为 25 kg，直径为 120 mm，合金成分(质量分数，%)为：C 0.035，Mn 1.2，Si 5.85，Cu 1.31，Cr 18.3，Mo 0.96，Ni 22.2，P 0.007，S 0.003，Fe 余量。在冶炼的铸锭底部切取 15 mm×15 mm 的试样，取样位置为铸锭的中心部位和 1/2 半径处，取样厚度约为 15 mm。

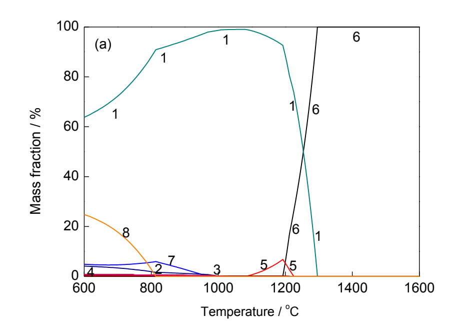
首先借助热力学软件 Thermo-Calc 对合金组织中的平衡相进行计算，分析合金在凝固过程中合金相的变化规律，并制定样品的热处理制度为 1050、1100、1150、1200 和 1250 ℃保温 120 min。采用 SSJ-13B 12 kw 箱式电阻炉进行固溶处理后水冷，并将热处理后的样品经砂纸打磨抛光后，在 30 mL 甘油+10 mL HNO_3+20 mL HF 腐蚀液中浸蚀 6 min。腐蚀后在 Axiophoto 2 image E 型金相显微镜(OM)上进行显微组织观察，用 SSX-550 型扫描电子显微镜(SEM)及能谱分析仪(EDS)对样品的显微组织和析出相成分进行分析，并采用 Sic IAS 图像分析软件统计析出相的数量。采用 D/max-2500PC 型 X 射线衍射仪(XRD)确定析出相的晶体结构。采用 Struers Tenupol-5 型双喷减薄仪在 10%高氯酸乙醇溶液中、电压为 16~18 V、温度为-20~-25 ℃的条件下进行透射电子显微镜样品减薄，并借助 Tecnai F20 型透射电镜(TEM)分析析出相的形貌和晶体结构。采用 SETSYS Evolution18 综合热分析仪 (DSC)来考察其在熔化与凝固过程中，组织中析出相的析出规律。首先将样品快速加热至 600 ℃稍许停留，然后以 5 ℃/min 升温速率，从 600 ℃升温至 1500 ℃，再以 5 ℃/min 降温速率从 1500 ℃降至 600 ℃，最后快速冷却至室温。实验过程中采用 Ar 气保护，流量 30 mL/min。

2 实验结果

2. 1 热力学平衡相图计算

采用 Thermo-Calc 热力学软件(TCFE7 数据库)对 6% Si 高硅不锈钢在平衡条件下合金组织随温度的变化规律进行计算。根据计算结果中各析出相析出的温度区间来制定实验固溶处理温度，参与计算的合金元素为 C、Mn、Cu、Mo、Ni、Cr、Si 等。

图 1a 为热力学平衡相随温度变化的整体图(质量分数 0~100%)，图 1b 为局部平衡相随温度变化的规律(质量分数 0~10%)。由图中可以得出合金的液相线在 1290 ℃左右，在凝固过程中，合金中主要组织为奥氏体。合金在温度低于 1230 ℃时有 bcc 相析出，且 bcc 相的析出量随着温度的降低先增加后减少，在约 1180 ℃时 bcc 相含量达到最高，约为 7%。合金在 800 ℃时开始有大量 σ 相析出，在 600 ℃时其析出量达到 25%左右。



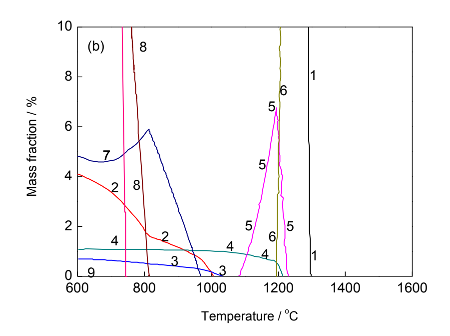


图 1 平衡态下 6%Si 高硅奥氏体不锈钢析出相含量与温度之间的关系

Fig.1 Mass fraction of phases as a function of temperature in 6%Si high silicon austenitic stainless steels at thermodynamic equilibrium state (1—*γ*, 2—G, 3—Laves, 4—M_6C, 5—bcc, 6—liquid, 7—Cr_3Si, 8—σ)

(a) whole graph (mass fraction ranged from 0 to 100%)

(b) amplification graph (mass fraction ranged from 0 to 10%)

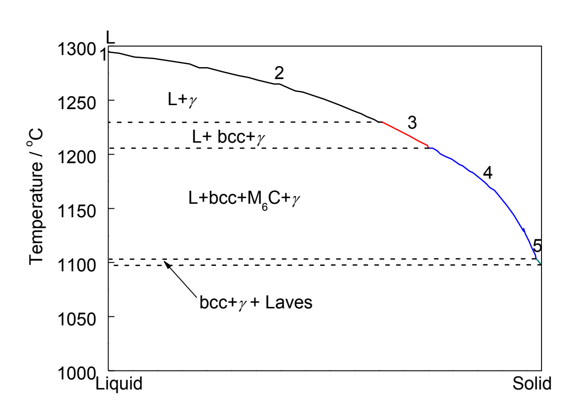


图 2 平衡态下 6%Si 高硅奥氏体不锈钢 bcc 相凝固规律

Fig.2 Solidification characteristics of bcc-phase in 6%Si high silicon austenitic stainless steels at thermodynamic equilibrium state

为进一步探究合金在凝固过程中合金相的组成，采用热力学软件计算了合金相随温度的降低而变化的规律，如图 2 所示。在 1290 ℃时合金开始发生凝固，首先凝固形成 γ 相，随着温度的不断降低，液相不断减少，γ 相不断增加。当温度为 1230 ℃时，合金中开始析出 bcc 相，此时合金组织组成为液相(L)、bcc 相和 γ 相。温度继续下降至 1200 ℃时，M_6C 相开始析出，合金相组成为液相、bcc 相、γ 相和 M_6C 相。当温度为 1100 ℃时，Laves 相开始析出，合金相组成为 bcc 相、γ 相和 Laves 相。计算结果表明，合金在凝固过程中合金相的析出规律为：L→L+γ→L+bcc+γ→L+bcc+γ+M_6C→bcc+γ+Laves。由此可见，在 1050~1290 ℃凝固过程中可能出现的析出相有 bcc 相、M_6C 相、γ 相和 Laves 相。

2. 2 铸态显微组织分析

图 3 为 6%高硅不锈钢铸锭边部(1/2 半径)和中心位置的 OM 像。试样 1/2 半径处由于液态金属冷却缓慢，温度梯度平缓而形成了粗大的柱状树枝晶(图 3a)，且枝晶间有大量的析出相析出(图 3c)。试样中部为树枝晶(图 3b)，与试样边部组织(图 3a)相比冷却更为缓慢，组织更为粗大。由图 3d 局部放大组织可见，在晶界和枝晶间均有大量的块状析出相析出。

为进一步分析析出相的形貌和成分，对铸锭的 1/2 半径处和中心部位的组织进行了 SEM 观察，并采用二次电子像(SE)和背散射电子(BSE)像进行分析，如图 4 所示。由二次电子图像(图 4a)可以看到析出相呈共析组织的特征。由图 4b 的 BSE 像可见，析出相图像衬度均呈浅灰色，析出相呈连续块状析出，可以判断铸态组织中析出相种类只有一种，并未发现热力

学软件中计算的 M_6C 相和 Cr_3Si 相。采用 EDS 对析出相和基体分别取 3 点进行了成分分析，并得出平均值，如表 1 所示，可以确定，析出相和基体的合金成分分布均匀，且析出相中 Si、Ni、Mo 含量高于基体，Fe 含量则低于基体，是一种高 Si、Ni、Mo 的析出相。

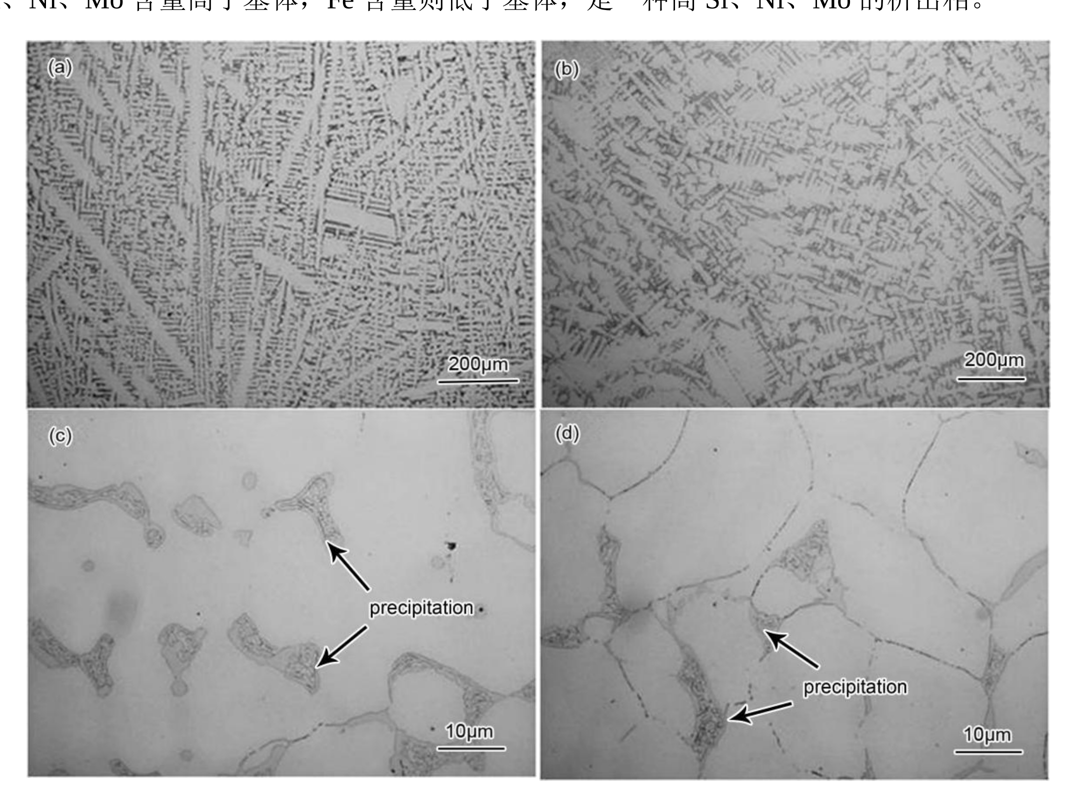


图 3 6%Si 高硅不锈钢铸锭边部(1/2 半径)和中心位置的 OM 像

Fig.3 Low (a, b) and high (c, d) magnified OM images optical micrographs of edge (1/2 radius) (a, c) and core (b, d) in 6%Si high silicon stainless steel as-cast ingot

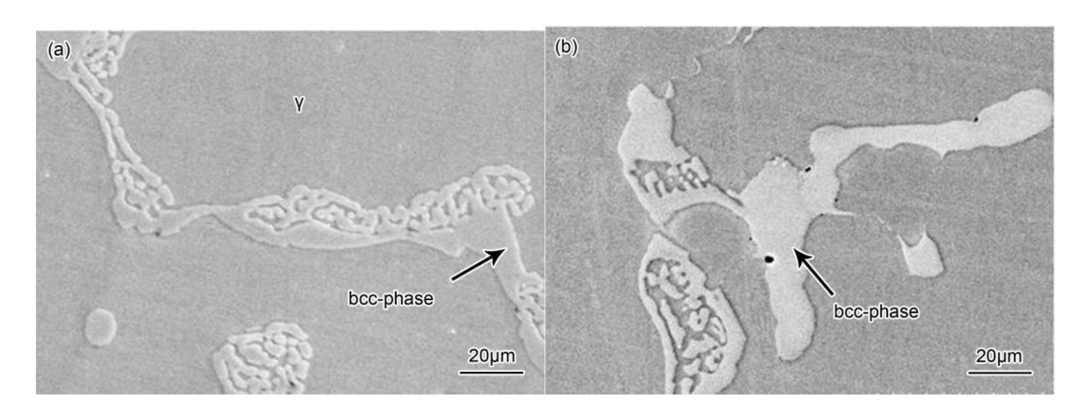


图 4 6%Si 高硅不锈钢铸锭的 SEM 像

Fig.4 SE (a) and BSE (b) images of as-cast 6%Si high silicon stainless steel

表 1 6%Si 高硅不锈钢铸态组织析出相成分分析

Table 1 Chemical compositions of as-cast 6%Si high-silicon stainless steel

(mass fraction / %)

Phase	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo	Total
bcc	10.28 ±0.38	20.47 ±1.07	1.96 ±0.79	35.92 ±1.35	26.50 ±1.01	4.86 ±0.31	100.00
γ	5.51 ±0.39	19.22 ±0.37	1.22 ±0.15	50.14 ±1.13	22.48 ±0.34	0.93 ±0.15	100.00

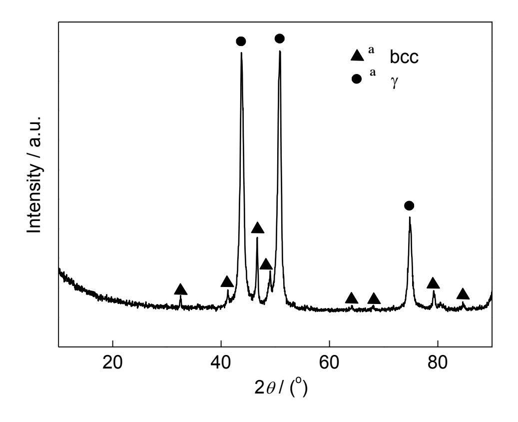


图 5 6%Si 高硅不锈钢铸态组织 XRD 谱

Fig.5 XRD spectrum of as-cast 6% Si high silicon stainless steel

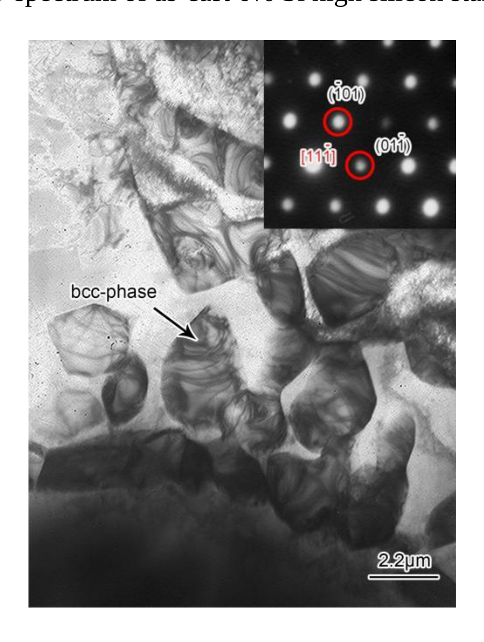


图 6 6%Si 高硅不锈钢铸态组织的 TEM 像及 SAED 谱

Fig.6 TEM image and SAED pattern (inset) of precipitate of as-cast 6%Si high silicon stainless steel

通过 XRD 谱(图 5)和 TEM 像(图 6)进一步确定了析出相的晶体结构为 bcc 结构。由此可知，铸态组织中的 bcc 析出相与热力学计算中凝固析出的 bcc 相相吻合，为同一析出相。且由 XRD 和 TEM 分析可知，bcc 析出相并不是 δ-Fe，它的晶格常数为 0.8747 nm。至此，可以得出，在 6%Si 高硅不锈钢铸态凝固组织中的析出相是一种沿晶界和枝晶间分布，富 Si、Ni、Mo 元素，具有 bcc 结构的析出相。这种析出相在文献中鲜见报道，关于其析出机制还需要大量深入的研究。

2. 3 固溶处理温度对组织的影响

由铸态组织分析可知，冶炼后的铸态钢锭中有大量 bcc 析出相析出，一般认为 bcc 结构析出相以大块状形貌在晶界或枝晶间析出，会对材料的热加工性能产生不利影响，导致样品开裂等问题产生。且由 Thermo-Calc 热力学相图的计算(图 1)可以看出，bcc 相在 800 ℃时可能会转化为 σ 相，σ 相会严重破坏材料的使用性能[16~18]。为避免破坏热加工性能，应对铸态钢锭进行固溶处理来消除析出相。

图 7 为 6% Si 高硅奥氏体不锈钢在 1050、1100、1150、1200 和 1250 ℃固溶处理保温 120 min 后的铸态组织 SEM 像，而图 8 为在不同固溶处理温度下保温 120 min 的样品中析出相数量的统计结果。图 7a 和 b 为铸态样品在 1050 和 1100 ℃固溶处理时析出相的分布情况。可见随着温度的升高，析出相开始向基体中回溶，此时基体中仍残留 4.04%和 1.75%左右的析出相。这是由于此时没有达到足够的温度，且 bcc 相中富含 Si、Ni、Mo 等原子半径较大的元素，原子在 fcc 结构的基体中扩散速率较慢，扩散需要更长的时间，在 1050 和 1100 ℃固溶 120 min，铸态组织中的析出相不能完全回溶进基体中。当固溶温度达到 1150 ℃时(图 7c)，原子扩散速率增加，析出相继续向基体中溶解，此时样品的组织为奥氏体基体，几乎不能发现 bcc 析出相。当固溶温度为 1200 ℃时(图 7d)，原子扩散比较充分，析出相已完全回溶到奥氏体基体，从图中可以见到清晰的晶界。由此可见，固溶温度对这种 bcc 结构的析出相的影响很大，温度升高，析出相的回溶量增加，直至完全回溶。当固溶温度达到 1250 ℃时，组织中再次有析出相的析出，析出量为 7.3%左右。从图 7e 可以看出，析出相沿晶界三角交界处和枝晶间分布。图 7f 为 1250 ℃固溶处理时晶界处的放大图片，可以清晰地见到析出相的形貌呈块状或条带状。由热力学计算可知，1250 ℃已为固/液两相区，为了研究这种回溶后新析出相的成分和结构，采用 EDS 分析了 1250 ℃固溶温度下析出相的元素组成，并采用 XRD 谱和 TEM 像分析了新析出相的形貌和晶体结构。

表 2 为图 8 中不同固溶处理温度下保温 120 min 的析出相成分的 EDS 分析结果，每个温度下分别取 3 点进行 EDS 分析，并取平均值。由成分分析结果可知，在同一温度下析出相成分分布均匀，其成分随固溶温度的变化而变化，在 1050 和 1100℃固溶处理的组织中析出相 Si、Ni 元素含量较铸态组织中析出相(表 1)的含量降低，而 Mo、Cr 元素含量有所升高。而在 1250 ℃时新析出的相中 Mo、Cr 元素含量降低，Si、Ni 元素含量升高。将样品在 1250 ℃固溶处理时新析出相的成分(表 2)与铸态析出相成分(表 1)进行对比分析可知，2 种情况下的析出相成分相近，均为富 Si、Ni、Mo 的析出相。

图 9 为 6%Si 高硅不锈钢 1250 ℃固溶处理后的 XRD 谱。可以看到，1250 ℃固溶处理后的衍射峰在位置上与铸态的衍射峰(图 5)相比，几乎没有变化，只是强度较弱，这可能与新析出相的含量较少有关。这说明固溶处理并没有改变合金中析出相的结构。同时，结合

TEM 像和 SAED 谱(图 10)分析可以确定，1250 ℃时新析出相的晶体结构为 bcc 结构，晶格常数为 0.8747 nm。由此可知，新析出相与铸态析出相的晶体结构和晶格常数均相同。因此，可认为合金在凝固时析出的 bcc 相在 1250 ℃时重新析出。综上所述，为避免 bcc 相析出，合理的热处理制度应在 1100~1200 ℃较为合适。

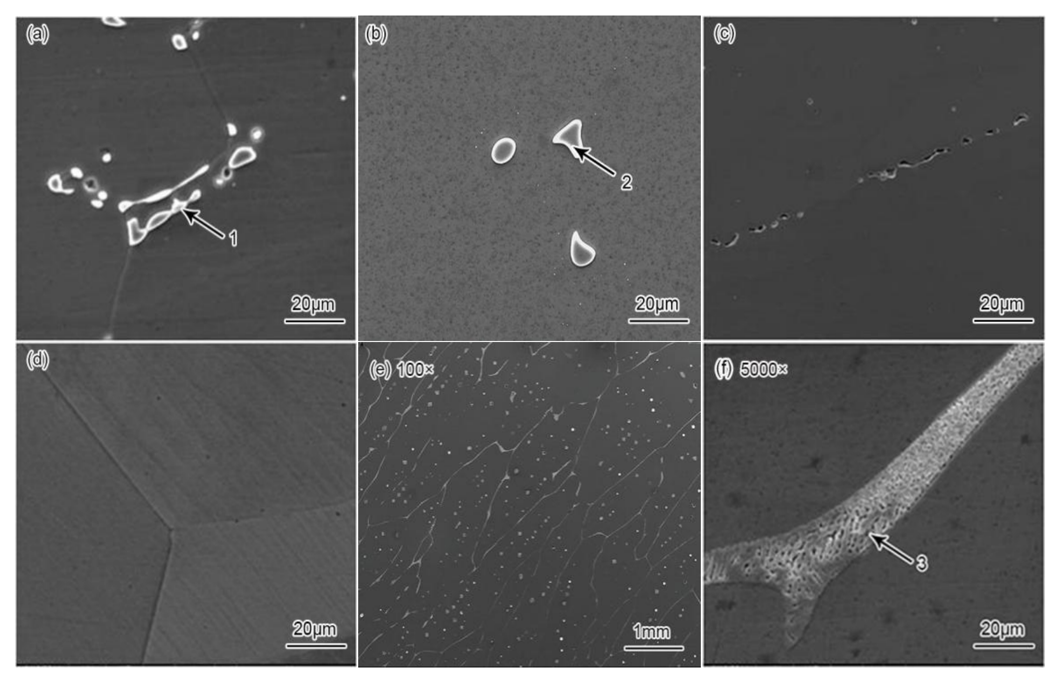


图 7 不同热处理温度下保温 120 min 铸态样品的 SEM 像

Fig.7 SEM images of the bcc phase in 6%Si high silicon stainless steel after solution treatment temperatures of 1050 ℃ (a), 1100 ℃ (b), 1150 ℃ (c), 1200 ℃ (d) and 1250 ℃ (e, f) for 120 min

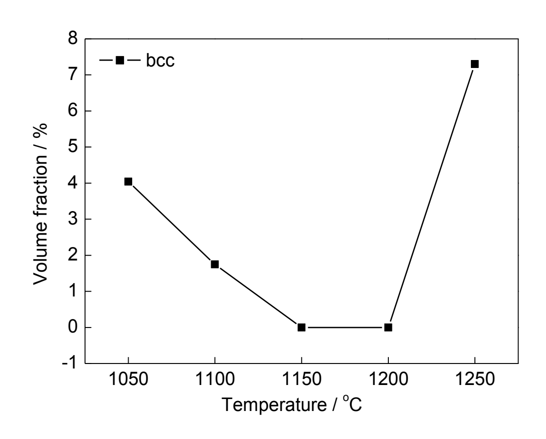


图 8 不同固溶温度下析出相析出量统计

Fig.8 Volume fraction of precipitates under different solution treatment temperatures

表 2 图 7 中 bcc 析出相的 EDS 分析

Table 2 EDS analyses of bcc phases in Fig.7

(mass fraction / %)

Temperature / ℃	Point	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo	Total
1050	1	8.82 ±0.41	23.57 ±0.60	1.23 ±0.25	40.34 ±1.94	17.63 ±0.91	8.4 ±1.35	100.0
1100	2	9±0.5	23.79 ±0.59	1.38 ±0.22	38.25 ±0.57	18.43 ±0.52	9.16 ±0.49	100.0
1250	3	11.74 ±1.1	18.27 ±1.41	1.66 ±0.4	32.46 ±1.89	26.87 ±1.42	4.64 ±1.5	100.00

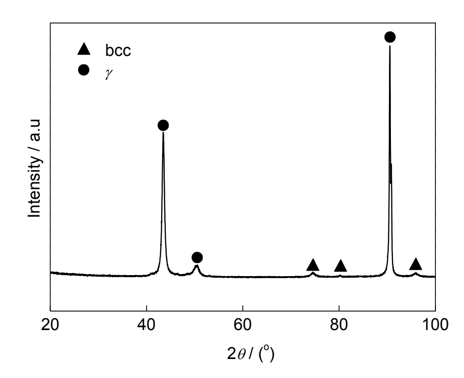


图 9 6%Si 高硅不锈钢 1250 ℃固溶处理后的 XRD 谱

Fig.9 XRD spectrum of solution treatment sample(1250 ℃, 120 min) of 6%Si high silicon stainless steel

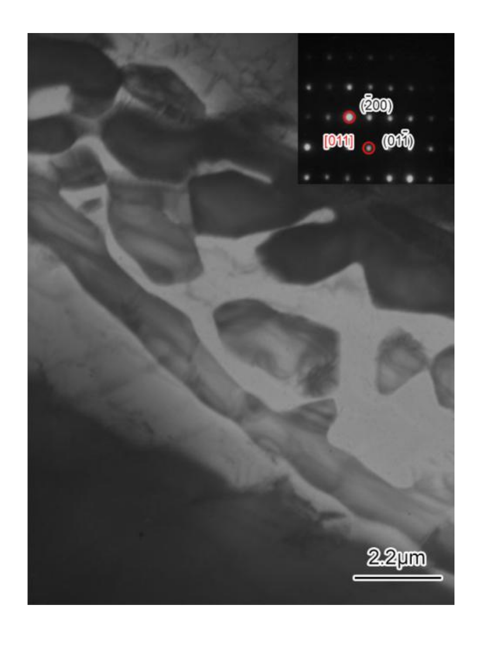


图 10 6%Si 高硅不锈钢固溶处理 1250 ℃的 TEM 像及 SAED 谱

Fig.10 TEM image and SAED pattern of 6%Si high silicon stainless steel after heat treated at 1250 ℃

3 分析讨论

固溶处理对析出相的影响过程如下：在温度达到 1100 ℃以上时，一次 bcc 相发生回溶，在 1200 ℃时 bcc 相全部回溶到基体中，在 1250 ℃时 bcc 相重析出，在 bcc 相回溶与重析出的过程中，bcc 相成分发生变化。根据 Thermo-Calc 平衡相图(图 1)可以判断平衡态下该合金的液相线为 1290 ℃左右，因此当固溶温度达到 1250 ℃时，由于晶界具有较高的畸变能且富集了 Si 和 Mo 元素，导致晶界处优先于晶内先发生熔化，从而发生了晶界液化的现象。而在固溶处理结束，样品水淬冷却过程中，基体相熔点较高而优先于晶界处先结晶[19,20]，同时 bcc 相重析出。

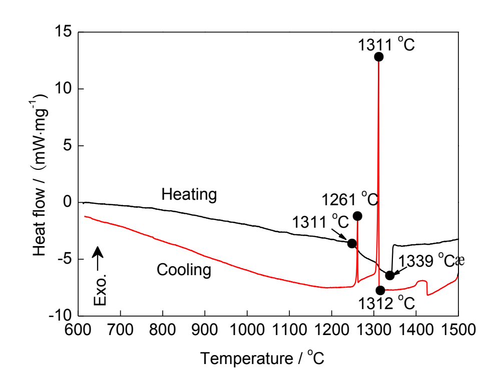


图 11 6%Si 高硅奥氏体不锈钢热流变化分析的 DSC 曲线

Fig.11 DSC curves of 6%Si high-silicon austenitic stainless steel

结合加热和冷却过程中热流变化进一步分析解释 bcc 相回溶和重析出的过程，如图 11 所示。从 600 ℃以 5 ℃/min 升温至 1500 ℃，晶界处的 bcc 相在 1248 ℃大幅吸热，开始熔化。在 1280 ℃时基体开始熔化，但由于 bcc 相的熔化温度与合金熔点相近，二者的吸热峰重合，因此由图中只可以见到明显的拐点。当温度达到 1339 ℃时合金完全熔化，停止吸热，峰值温度为 1339 ℃。当样品以 5 ℃/min 从 1500 ℃降至 600 ℃, 合金在 1312 ℃开始急剧放热，应为液体凝固放热所致，液相线温度为 1312 ℃；当温度为 1261 ℃时再次放热，结合 1250 ℃时的显微组织分析可知此峰应为 bcc 相析出凝固放热所致。升温过程中吸热峰出现的起始点与降温过程中第二个放热峰位置相对应，应为 bcc 相的溶解或析出时的吸热或放热过程。由此解释了合金在 1250 ℃时 bcc 相的回溶与重析出的行为，同时也与 Thermo-Calc 平衡相图的计算结果和实验结果相吻合。

在固溶处理过程中，bcc 相回溶与重析出时，bcc 相的成分发生了变化。由表 2 可以看出高硅奥氏体不锈钢中 bcc 相回溶与重析出过程中的元素成分变化趋势。与表 1 铸态组织中 bcc 相的成分对比可知，Mo、Cr 元素随温度的升高而增加，而在 1250 ℃固溶处理后重析出的 bcc 相成分与一次 bcc 相成分又趋于一致，这种成分的变化主要是因为析出相为 bcc 结构的固溶体，合金组织中的原子随温度的变化扩散能力不同导致。在铸态组织中 bcc 相中的 Mo 元素含量为(4.86±0.31)%，而基体相中 Mo 的含量仅为(0.93±0.15)%，这是由于在合金

最初凝固过程中，由于 Mo 是体心立方结构，在 γ-Fe 中的溶解度较低，易被排挤到晶界处，在凝固时在晶界处脱溶形成富 Mo 的 bcc 相。在固溶处理过程中由于高 Mo 的 bcc 相的析出导致晶界处 Mo 的含量降低，由于浓度梯度的关系使得晶内的 Mo 元素自发地向晶界处扩散，且随着固溶温度的升高，Mo 原子的扩散能力增强，bcc 相对 Mo 元素的固溶度也增大。故固溶温度在 1050~1100 ℃时，bcc 相中 Mo 元素含量随温度的升高而升高，当固溶温度为 1050 ℃时，bcc 相中 Mo 元素的含量为(8.40±1.35)%，当固溶温度上升到 1100 ℃时，Mo 元素的含量已达到(9.16±0.49)%。当温度达到 1200 ℃时，bcc 相已完全回溶。当温度在 1250 ℃时，此时固溶温度已处于合金固相线附近，晶界处开始熔化，γ-Fe 相固溶了原先在 bcc 相中的 Mo，导致晶界处 Mo 元素含量下降为(4.64±1.5)%。但由于晶体结构的关系，Mo 元素在 bcc 固溶体中的溶解度大于在 γ-Fe 中的溶解度，在此时冷却，晶界处聚集的过饱和的 Mo 元素会因温度的骤降而重新析出。此时晶界处发生凝固的过程与最初铸态组织凝固过程类似，因此在温度为 1250 ℃时所形成的析出相成分与铸态组织中 bcc 相成分趋于一致。

4 结论

(1) 6%Si 高硅奥氏体不锈钢的铸态组织中的一次析出相和经 1250 ℃固溶处理 120 min 的组织中的重析出的相均为 bcc 相，该相在铸态组织中呈粒状或连续条块状分布于沿晶界和枝晶间，在 1250 ℃重析出时沿晶界和晶内呈块状或条状在晶界析出。bcc 相富含 Mo、Si、Ni 等元素，晶格常数 a=0.8747 nm。

(2) bcc 相在合金凝固时析出，在 1200 ℃固溶处理时完全回溶，在 1250 ℃固溶处理时发生重析出。bcc 相的元素成分在回溶与析出过程中，在 1050~1200 ℃时 Mo、Cr 元素含量随温度的升高而增加，在 1250 ℃时析出相的成分又与铸态组织中析出相的成分趋于一致。

(3) 固溶处理时将铸态组织中 bcc 相回溶到基体中，并避免 bcc 相重析出，合理的热处理温度为 1100~1200 ℃。

参考文献

[1] Li Z Q. Research status and development trends of high silicon stainless steel and high nickel alloy for concentrated sulphuric acid [J]. Chem. Eng. Mach., 1998, 25(1): 50
(李志强. 耐浓硫酸用高硅不锈钢和高硅镍合金研究现状与趋势 [J]. 化工机械, 1998, 25(1): 50)
[2] Armijo J, Wilde B C. Influence of Si content on the corrosion resistance of austenitic Fe-Cr-Ni alloys in oxidizing acids [J]. Corros. Sci., 1968, 8: 649
[3] Qiu D L, Liu H A, Zhao C Y. Application of DS-1 high silicon austenitic stainless steel plate in the sulfuric acid industry [J]. S. P. BMH. Rel. Eng., 2006, 6: 33
(邱德良, 刘焕安, 赵成永. DS-1 高硅奥氏体不锈钢板在硫酸工业中的应用 [J]. 硫磷设计与粉体工程, 2006, 6: 33)
[4] Burstein G T, Daymond B,T. The remarkable passivity of austenitic stainless steel in sulphuric acid solution and the effect of repetitive temperature cycling [J]. Corros. Sci., 2009, 51: 2249
[5] Chang F H, Pan F. Welding practice for the Sandvik duplex stainless steels SAF2304, SAF2205 and SAF2507 [J]. Boiler. Manuf., 1995, 155: 64
(常凤华, 潘 孚. SAF2304、SAF2205、SAF2507 级别 Sandvik 双相不锈钢的焊接技巧 [J]. 锅炉制造, 1995, 155: 64)
[6] Du C C. Application of austenitic stainless steel in industry [J]. Process. Equip. Pip., 2003, 40(2): 54
(杜存臣. 奥氏体不锈钢在工业中的应用 [J]. 化工设备与管道, 2003, 40(2): 54)
[7] Liu H A. A survey of research and development of stainless steels for sulphuric acid service [J]. Sul. Acid. Ind. 1999, 1: 1
(刘焕安. 硫酸用不锈钢研究发展综述 [J]. 硫酸工业, 1999, 1: 1)
[8] Gang Y M. Development and selection of nitric acid resistance steel [J]. Chem. Eng. Res. Des., 2004, 14(3): 6
(冈毅民. 硝酸用钢的发展及其选择 [J]. 化工设计, 2004,14(3): 6)

[9] Ma Y H, Huang Y W. The influence of high silicon content on the corrosion behaviors of stainless steel in highly concentrated sulfuric acid [J]. Shanghai Met., 1999, 21(5): 27
(马艳红, 黄元伟. 高硅对不锈钢耐高温浓硫酸腐蚀行为的影响 [J]. 上海金属, 1999, 21(5): 27)
[10] Li H, Feng Y L, Qi X J, et al. Study on microstructure and precipitates at different normalizing in Fe-3.15%Si low temperature orinent silicon steel[J]. Acta Metall. Sin., 2013, 49: 562
(李 慧, 冯运莉, 齐雪京等. Fe-3.15%Si 低温取向硅钢不同常化工艺下的组织及析出相研究 [J]. 金属学报, 2013, 49: 562)
[11] BratukhinA G, PetrakovA F, KrivonogovG S, et al. Structure and properties of high-strength corrosion-resistant silicon-alloyed sheet steel [J]. Met. Sci. Heat Treat., 1993, 35: 12
[12] Chen X, Li Y X. Effect of silicon content on the microstructure and mechanical properties of austempered high silicon cast steel [J]. Mater. Mech. Eng., 2000, 24(2): 14
(陈 祥, 李言祥. 硅对等温淬火高硅铸钢组织和性能的影响 [J]. 机械工程材料, 2000, 24(2): 14
[13] Wang G L. Chemical composition of wear resistant cast steel and optimization design of heat treatment process [J]. Hot Working Technol., 2011, 40(9): 39
(王桂林. 高硅耐磨铸钢化学成分和热处理工艺的优化设计 [J]. 热加工工艺, 2011, 40(9): 39)
[14] Ou J Y, Wang N X. A study for microstructure and corrosion resistance of nitric acid corrosion resistance of several high silicon steel [J]. Spec. Steel, 1981, 4: 61
(欧金玉, 王乃宣. 关于几种高硅抗浓硝酸腐蚀用钢的组织和耐腐蚀性能的探讨 [J]. 特殊钢, 1981, 4: 61)
[15] Liu H A, Ye J X. Development and application of XDS-1 high silicon austenitic stainless steel for high temperature concentrated sulfuric acid [J]. S. P. BMH. Rel. Eng., 2007, 4: 25
(刘焕安, 叶际宣. 高温浓硫酸用 XDS-1 高硅奥氏体不锈钢的研制与应用[J]. 硫磷设计与粉体工程, 2007, 4: 25)
[16] Wen Y H, Zhang W H, Si H T, et al. Study on work hardening behaviour and mechanism of high silicon austenitic high manganese steel [J]. Acta Metall. Sin., 2012, 48: 1153
(文玉华,张万虎,司海涛. 高 Si 奥氏体高 Mn 钢加工硬化行为及机制的研究 [J]. 金属学报, 2005, 41: 1153)
[17] Chen X, Li Y X, Fu H G. Fracture toughness of austempered high silicon cast steel [J]. Acta Metall. Sin., 2005, 41: 1061
(陈 祥, 李言祥, 符寒光. 等温淬火高硅铸钢的断裂韧性 [J]. 金属学报, 2005, 41: 1061)
[18] Liu P. The application of steel C4-a new material for nitrosonitric acid absorption tower [J]. Petro. Chem. Equip., 2007, 10(4): 63
(刘 萍. 发烟硝酸吸收塔新材料 C4 钢的应用 [J]. 石油和化工设备, 2007, 10(4): 63)
[19] Shen W B, Cai X Q, Shao Y. R＆D concerning manufacturing process and technology of seamless tube of KY704 hi-silica austenitic stainless steel [J]. Steel Pipe, 2001, 30(5): 17
(沈伟彬, 蔡新强, 邵 羽. KY704 高硅奥氏体不锈钢无缝管生产工艺研究及技术开发 [J]. 钢管, 2001, 30(5): 17)
[20] Ogundare O, Babaniyi B, Adentunji A R, et al. Atmospheric corrosion studies of ductile iron and austenitic stainless steel in an extreme marine environment [J]. Mater. Charact., 2012, 11: 914
[21] Tomashov N D, Chernova G P. Passivity and Protection of Metals Against Corrosion [M]. NewYork : Plenum Press, 1967: 91
[22] Weiss B, Stickler R. Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel [J]. Metall. Mater. Trans., 1972, 3B: 851
[23] Sourmail T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels [J]. Mater. Sci. Technol., 2001, 17(1): 1
[24] Bro źda J, MadeJ J. Cracking of the mixing chamber caused by sigma phase precipitation in austenitic steel welded joints [J]. Eng. Fail. Anal., 2008, 15: 368
[25] Perron A, Toffolon M C, Ledoux X, et al. Understanding sigma-phase precipitation in a stabilized austenitic stainless steel (316Nb) through complementary CALPHAD-based and experimental investigations. [J]. Acta Mater., 2014, 79: 16
[26] Roychowdhury S, Kain V, Matcheswala A，et al. σ-Phase induced embrittlement in titanium containing austenitic stainless steel tie-bars in a condenser [J]. Eng. Fail. Anal., 2012, 25: 123